

IODOPHOR COMPRISING POLY-N-VINYLLACTAM AND DEXTRIN**Patent number:** WO9528841**Publication date:** 1995-11-02**Inventor:** BREITENBACH JOERG (DE); SANNER AXEL (DE); THOMA DIETRICH (DE)**Applicant:** BASF AG (DE); BREITENBACH JOERG (DE); SANNER AXEL (DE); THOMA DIETRICH (DE)**Classification:**- **international:** A01N59/12; A01N59/12; (IPC1-7): A01N59/12- **european:** A01N59/12**Application number:** WO1995EP01299 19950408**Priority number(s):** DE19944414254 19940423**Also published as:**

EP0757520 (A1)

US5731009 (A1)

DE4414254 (A1)

EP0757520 (B1)

Cited documents:

EP0526800

US4719106

Report a data error here**Abstract of WO9528841**

The invention concerns an iodophor containing: a) 20 to 71 wt.% PVP or poly-N-vinylcaprolactam; b) 20 to 71 wt.% dextrin having a dextrose-equivalent value of 2 to 40; c) 6 to 25 wt.% elementary iodine; and d) 3 to 12.5 wt.% iodide ions. The invention further concerns a method for its preparation.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

BEST AVAILABLE COPY

THIS PAGE BLANK (USP.)

PCTWELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
Internationales BüroINTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation ⁶ : A01N 59/12		A1	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 95/28841
			(43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 2. November 1995 (02.11.95)
(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP95/01299		(81) Bestimmungsstaaten: CA, JP, MX, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).	
(22) Internationales Anmeldedatum: 8. April 1995 (08.04.95)		Veröffentlicht <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i>	
(30) Prioritätsdaten: P 44 14 254.4 23. April 1994 (23.04.94) DE			
(71) Anmelder (<i>für alle Bestimmungsstaaten ausser US</i>): BASF AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE]; D-67056 Ludwigshafen (DE).			
(72) Erfinder; und			
(75) Erfinder/Anmelder (<i>nur für US</i>): BREITENBACH, Jörg [DE/DE]; Am Kaiserberg 14, D-53545 Linz (DE). SANNER, Axel [DE/DE]; Lorscher Ring 2c, D-67227 Frankenthal (DE). THOMA, Dietrich [DE/DE]; Gustav-Nachtigal-Strasse 81, D-68219 Mannheim (DE).			
(74) Gemeinsamer Vertreter: BASF AKTIENGESELLSCHAFT; D-67056 Ludwigshafen (DE).			

(54) Title: IODOPHOR COMPRISING POLY-N-VINYLLACTAM AND DEXTRIN**(54) Bezeichnung:** IODOPHOR AUS POLY-N-VINYLLACTAM UND DEXTRIN**(57) Abstract**

The invention concerns an iodophor containing: a) 20 to 71 wt.% PVP or poly-N-vinylcaprolactam; b) 20 to 71 wt.% dextrin having a dextrose-equivalent value of 2 to 40; c) 6 to 25 wt.% elementary iodine; and d) 3 to 12.5 wt.% iodide ions. The invention further concerns a method for its preparation.

(57) Zusammenfassung

Iodophor, enthaltend a) 20 bis 71 Gew.-% PVP oder Poly-N-vinylcaprolactam, b) 20 bis 71 Gew.-% Dexrin vom DE-Wert 2 bis 40, c) 6 bis 25 Gew.-% elementarem Iod, d) 3 bis 12,5 Gew.-% Iodidionen und Verfahren zu dessen Herstellung.

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AT	Oesterreich	GA	Gabon	MR	Mauretanien
AU	Australien	GB	Vereinigtes Königreich	MW	Malawi
BB	Barbados	GE	Georgien	NE	Niger
BE	Belgien	GN	Guinea	NL	Niederlande
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	NO	Norwegen
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	NZ	Neuseeland
BJ	Benin	IE	Irland	PL	Polen
BR	Brasilien	IT	Italien	PT	Portugal
BY	Belarus	JP	Japan	RO	Rumänien
CA	Kanada	KE	Kenya	RU	Russische Föderation
CF	Zentrale Afrikanische Republik	KG	Kirgisistan	SD	Sudan
CG	Kongo	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SE	Schweden
CH	Schweiz	KR	Republik Korea	SI	Slowenien
CI	Côte d'Ivoire	KZ	Kasachstan	SK	Slowakei
CM	Kamerun	LI	Liechtenstein	SN	Senegal
CN	China	LK	Sri Lanka	TD	Tschad
CS	Tschechoslowakei	LU	Luxemburg	TG	Togo
CZ	Tschechische Republik	LV	Lettland	TJ	Tadschikistan
DE	Deutschland	MC	Monaco	TT	Trinidad und Tobago
DK	Dänemark	MD	Republik Moldau	UA	Ukraine
ES	Spanien	MG	Madagaskar	US	Vereinigte Staaten von Amerika
FI	Finnland	ML	Mali	UZ	Usbekistan
FR	Frankreich	MN	Mongolei	VN	Vietnam

Iodophor aus Poly-N-vinylactam und Dextrin

Beschreibung

5

Die Erfindung betrifft ein hinsichtlich der Eigenschaften und der Einfachheit der Herstellungsweise verbessertes Iodophor, wobei der Träger aus einer Mischung von Dextrin mit einem Poly-N-vinylactam, nämlich Poly-N-vinylpyrrolidon (PVP oder Polyvidon) oder 10 Poly-N-vinylcaprolactam, besteht.

Auf dem Gebiet der Feindesinfektionsmittel ist PVP-Iod ein lange etabliertes, jedoch kostenintensives Produkt. Auch die Herstellung von Saccharid-haltigen Iodophoren durch Polymerisation 15 von Vinylpyrrolidon in Anwesenheit der jeweiligen Oligo- oder Polysaccharide ist aus EP-A-526 800 bekannt. Derartige Produkte sind zwar preiswerter als PVP-Iod, aber entsprechen nicht den Anforderungen an PVP-Iod. Außerdem sind sie bisher pharmakologisch nicht akzeptiert.

20

EP-B-196 813 beschreibt Mischungen von PVP-Iod mit Zucker, EP-A-259 982 mit Zuckeralkoholen und gegebenenfalls Zucker, EP-A-213 717 mit Zucker und einem gelierenden Polysaccharid. Die Herstellung ist umständlich, denn es muß zunächst das PVP-Iod 25 hergestellt und dieses anschließend mit dem (den) Zusatzstoff(en) abgemischt werden. Ein direktes Mischen aller Komponenten ist nicht möglich. Außerdem sind die Produkte für pharmazeutische Zwecke nicht geeignet, weil ihr verfügbarer Iodgehalt, der Gehalt an freiem Iod sowie der Iodverlust in der Regel außerhalb des 30 von den Gesundheitsämtern zugelassenen Bereichs liegt.

US 4 719 106 beschreibt Mischungen aus Polydextrose-Iod und PVP-Iod. Die Herstellung von Polydextrose für diesen Einsatzbereich ist umständlich und unwirtschaftlich: Zunächst werden 35 Polysaccharide in Glukose zerlegt, dann wird diese in Gegenwart von Sorbit und Zitronensäure wieder polykondensiert (vgl. EP 380 248).

Der Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, ein einfaches und 40 wirtschaftliches Verfahren zur Herstellung eines Iodophors zu entwickeln, das in allen Punkten den Anforderungen an PVP-Iod entspricht.

2

Es wurde nun gefunden, daß diese Aufgabe gelöst werden kann, indem man eine Mischung von PVP oder Poly-N-vinylcaprolactam und Dextrin mit einem Dextroseäquivalent (DE-Wert) im Bereich von 2 bis 40, vorzugsweise 10 bis 30, in üblicher Weise zum Iodkomplex umsetzt.

Die Dextrine sind handelsüblich und in einfacher Weise aus Stärke durch unvollständige Hydrolyse mit verdünnter Säure, durch Hitzeeinwirkung sowie durch oxidativen oder enzymatischen Abbau mit Hilfe von Amylasen zugänglich.

Durch Hydrolyse in wässriger Phase erhältliche Stärkeabbauprodukte eines gewichtsmittleren Molekulargewichtes von 2500 bis 25000 werden im Unterschied zu den Röstdextrinen üblicherweise als verzuckerte Stärken bezeichnet und sind als solche im Handel erhältlich.

Derartige verzuckerte Stärken sind von den Röstdextrinen u.a. dadurch chemisch verschieden, daß bei einem hydrolytischen Abbau in wässrigem Medium (üblicherweise Suspensionen oder Lösungen), der in der Regel bei Feststoffgehalten von 10 bis 30 Gew.-% sowie vorzugsweise säure- oder enzymkatalysiert vorgenommen wird, die Möglichkeit der Rekombination und Verzweigung im wesentlichen nicht gegeben ist, was sich nicht zuletzt auch in anderen Molekulargewichtsverteilungen äußert.

Die Herstellung verzuckerter Stärken ist allgemein bekannt und u.a. in Günther Tegge, Stärke und Stärkederivate, Behr's Verlag, Hamburg 1984, S. 173 und S. 220 ff sowie in der EP-A 441 197 beschrieben. Vorzugsweise handelt es sich bei den erfindungsgemäß zu verwendenden verzuckerten Stärken um solche, deren gewichtsmittleres Molekulargewicht M_w im Bereich von 4000 bis 16000, besonders bevorzugt im Bereich von 6500 bis 13000 liegt.

Die erfindungsgemäß zu verwendenden verzuckerten Stärken sind normalerweise bei Raumtemperatur in Wasser vollständig löslich, wobei die Löslichkeitsgrenze in der Regel oberhalb von 50 Gew.-% liegt. Vorzugsweise sind die Lösungen bei Raumtemperatur bei 10 bis 20 Gew.-%, besonders bevorzugt bei 30 bis 40 Gew.-% klar löslich und nicht kolloidal suspendiert.

Darüber hinaus ist es empfehlenswert, solche erfindungsgemäß zu verwendenden verzuckerten Stärken anzuwenden, deren Dextroseäquivalent DE 2 bis 40, vorzugsweise 10 bis 30 und besonders bevorzugt 10 bis 20 beträgt. Der DE-Wert charakterisiert das Reduktionsvermögen bezogen auf das Reduktionsvermögen von wasserfreier Dextrose und wird nach DIN 10 308, Ausgabe 5.71, des

3

Deutschen Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte, bestimmt (vgl. auch Günther Tegge, Stärke und Stärkederivate, Behr's Verlag, Hamburg 1984, S. 305).

5 Als Ausgangsstärken zur Herstellung der erfindungsgemäß zu verwendenden verzuckerten Stärken sind prinzipiell alle nativen Stärken wie Getreidestärken (z.B. Mais, Weizen, Reis oder Hirse), Knollen- und Wurzelstärken (z.B. Kartoffeln, Tapiokawurzeln oder Arrowroot) oder Sagostärken geeignet.

10

Ein wesentlicher Vorzug der erfindungsgemäß zu verwendenden verzuckerten Stärken ist, daß es hinsichtlich ihrer Anwendung, abgesehen von der in einfacher Weise durchzuführenden partiellen Hydrolyse der Ausgangsstärke, zu ihrer Herstellung keiner

15 weiteren chemischen Modifizierung bedarf.

In den Beispielen wurden als verzuckerte Stärken die C* PUR Produkte 01906, 01908, 01910, 01915, 01921, 01924, 01932 oder 01934 der Cerestar Deutschland GmbH, Krefeld, eingesetzt. Sie weisen im

20 wesentlichen alle eine bimodale Molekulargewichtsverteilung auf und sind wie folgt charakterisiert:

	Typ	M _w	U	Gew.-% < 1000	DE
25	01906	20080	10,9	12,2	2- 5
	01908	19290	10,0	15,9	8-10
	01910	10540-12640	8,5-9,9	24,7-26,4	11-14
	01915	6680-8350	6,8-8,4	32,9-34,7	17-19
30	01921	6700	7,4	39,1	20-23
	01924	4730	6,8	53,6	26-30
	01932	4500	7,9	63,2	33-35
	01934	3000	6,0	68,4	36-39

35

Bestimmungen von M_n mittels Dampfdruckosmose ergaben für die bevorzugten Typen 01910 und 01915 folgende Werte:

1560 g/mol (1910)

40 980 g/mol (1915)

U = Uneinheitlichkeit

M_w = Gewichts-Mittelwert des Molekulargewichts

M_n = zahlenmäßiger Mittelwert des Molekulargewichts

DE = Dextrose-Äquivalent

45

Für die Umsetzung des Iods und Iodids mit dem Träger im festen Zustand muß der Träger in homogener Form vorliegen. Diese homogene Form kann erzielt werden durch Trocknen der gemeinsamen Lösung der Komponenten, es genügt aber auch, die pulvriegen Komponenten gemeinsam gründlich zu vermahlen. Dies kann nach üblichen Techniken, z.B. mit Kugelmühlen, Intensivmischern, Taumelmischern mit Kugeln usw. erfolgen. Iod und Reduktionsmittel oder Iodid kann anschließend als Feststoff oder Lösung in dem gleichen Gefäß zugemischt werden. Die Komplexbildung geschieht durch Zusatz von soviel Iod und Iodid, daß die Endmischung 6 bis 25, vorzugsweise 10 bis 20 Gew. Iod und pro Mol Iod (J_2) 1 Mol Iodid enthält, und anschließendes mehrstündigtes Tempern bei 50 bis 110°C. Das Kation des Iodids ist beliebig, in der Regel Natrium oder Kalium. Das Iodid kann durch eine äquivalente Menge eines Reduktionsmittels, das Iod zu Iodid reduziert, beispielsweise Ameisensäure und ihre Salze, vorzugsweise Ammoniumformiat, Glukose, Ascorbinsäure, Malonsäure, Oxalsäure, Ammoniumoxalat, Harnstoff, Harnstoff- H_2O_2 , Ammoniumcarbaminat ersetzt werden, wenn die Ausgangsiodmenge entsprechend erhöht wird. Dabei ist zu berücksichtigen, daß Dextrine aufgrund ihrer aldehydischen Endgruppen auch ein gewisses Reduktionsvermögen für Iod haben.

Die Gesamtmaschung kann, falls sie als Lösung (vorzugsweise in Wasser) vorliegt, in dieser Form in den Handel gebracht und angewendet werden. Meist werden die Iodophore jedoch in Pulverform hergestellt und vertrieben. Die Anwendung als Feindesinfektionsmittel kann ebenfalls in Pulverform oder in wässriger Lösung erfolgen. Die Wirkung setzt auf jeden Fall erst in Lösung ein, es muß also auch bei trockener Anwendung in irgend einer Form zumindest Feuchtigkeit (bei medizinischer Anwendung z.B. Wundsekret) hinzukommen. Das Iodophor kann auch in Cremes, Aerosole oder Darreichungsformen wie Suppositorien eingearbeitet werden und so zur Anwendung kommen.

Die Gewichtsanteile der fertigen Gesamtmaschung (im Fall einer Lösung bezogen auf den Festgehalt) liegen bei 20 bis 71, vorzugsweise 30 bis 60 % PVP oder Poly-N-vinylcaprolactam, 20 bis 71, vorzugsweise 30 bis 60 % Dextrin, 9 bis 37,5 % Iod, wovon jeweils ein Drittel in Form von Iodidionen vorliegt, und 0 bis 900, vorzugsweise 0 bis 500 % Wasser.

Die polymeren Vinyllactame haben K-Werte nach H. Fikentscher (Cellulosechemie 13 (1932), 58 bis 64 und 71 bis 74) im Bereich von 12 bis 100, vorzugsweise 25 bis 70. Auch vernetztes PVP ist für die Herstellung von festem Iodophor einsetzbar und kann mit in Wasser unlöslichen Stärken zu einem Iodkomplex umgesetzt werden und so z.B. als Wundaflage Verwendung finden.

5

Die Bestimmung des verfügbaren Iodgehaltes erfolgt nach dem Deutschen Arzneimittel Codex (DAC) 1986, 2. Ergänzung 1990, für Polyvidon-Iod. Dort ist der Gehalt zwischen mindestens 9 und höchstens 12 % verfügbarem Iod festgelegt. Gleiches gilt für die USP XXII (Povidone-Iodine). Auch die Bestimmung des Iodid-Gehaltes ist dort beschrieben. Der verfügbare Iodgehalt entspricht dem durch Titration mit Thiosulfat meßbaren Wert. Die Bestimmung des freien Iodgehalts erfolgt nach D. Horn und W. Ditter "PVP-Iod in der operativen Medizin", S. 7 ff., Springer-Verlag, Heidelberg 1984.

Auch der Gesamtgewichtsverlust von höchstens 8 % mit 0,5 g Substanz beim Trocknen im Trockenschrank bei 100 bis 105°C (Trocknungsverlust) ist im DAC 1986, 3. Lieferung 1988, festgelegt und wird von den erfindungsgemäßen Produkten eingehalten.

Der Verlust des verfügbaren Iods (Iodverlust) bei einer Wärmelagerung gibt Aufschluß über die Stabilität des Komplexes und wird wie folgt bestimmt:

20

Die Bestimmung erfolgt aus einer PVP-Iodlösung, die 1 % verfügbares Iod enthält. Diese wird wie folgt hergestellt:
In einem 100 ml Schlijfferlenmeyerkolben werden x g PVP-Iod-Probe eingewogen und mit Wasser auf ein Gesamtgewicht von 50 g ergänzt.

25

Berechnung der einzuwiegenden Menge x in Gramm:

$$x = \frac{5000}{(100 - TV) \cdot VJ}$$

30

$$\begin{array}{lcl} TV & = & \% \text{ Trocknungsverlust nach DAC} \\ VJ & = & \% \text{ Verfügbares Iod nach DAC} \end{array}$$

35 Die Lösung wird 3 Stunden lang geschüttelt.

Nach dem Schütteln werden 5,0 ml mit einer geeichten Vollpipette in einen 250 ml Erlenmeyerkolben pipettiert, mit ~ 100 ml dest. Wasser und 1 Tropfen Essigsäure verdünnt und bis zum Endpunkt (farblos bis schwache Gelbfärbung) möglichst rasch mit 0,02 n Natriumthiosulfatlösung titriert (Verbrauch V).

45

Wärmelagerung

Die PVP-Iodlösung wird bis 1 cm unter dem Stopfen in eine braune 25 ml Schliffflasche gefüllt und anschließend 15 Stunden lang bei 5 $80^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ im Wärmeschrank gelagert. Etwa 15 Minuten nach Einbringen der Flasche in den Wärmeschrank wird durch Anheben des Stopfens kurz belüftet. Nach 15stündiger Lagerung werden nach Abkühlen des Flascheninhalts 5,0 ml entnommen und der Gehalt an verfügbarem Iod wie im DAC beschrieben mit 0,02 n Natriumthiosulfat-Lösung bestimmt (Verbrauch N). 10

Berechnung des Iodverlustes

$$15 \quad \% \text{ Iodverlust} = \frac{V - N}{V} \cdot 100$$

dabei bedeuten:

V = Verbrauch an $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Lösung vor der Lagerung [ml]

N = Verbrauch an $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Lösung nach der Lagerung [ml]

20

Bemerkung:

Um Unregelmäßigkeiten (Temperaturschwankungen, Stromausfall etc.) während der Lagerung erkennen zu können, ist es zweckmäßig, eine 25 Vergleichsprobe mit bekanntem Iodverlust mit zu analysieren.

Die Dextrine sind allein nicht in der Lage, ausreichend stabile Iodkomplexe zu bilden. Überraschenderweise können sie es aber in Mischung mit PVP oder Poly-N-vinylcaprolactam doch, denn gleiche 30 Mengen der Mischung einerseits und von ungemischtem PVP oder Poly-N-vinylcaprolactam andererseits nehmen gleiche Mengen Iod auf, und zwar mit gleicher Bindungskraft. Es liegt also offenbar bei der Mischung eine Art Synergismus vor. Im Gegensatz zu Propfpolymeren handelt es sich bei den Mischungen um pharmakologisch 35 akzeptierte Produkte. Gegenüber dem PVP-Iod bieten die erfundungsgemäßen Iodophore neben ökologischen Vorteilen, die auf der guten biologischen Abbaubarkeit des Dextrinanteils beruhen, wirtschaftliche Vorteile, da die Einsatzstoffkosten entscheidend reduziert sind. Darüber hinaus genügen die erfundungsgemäßen 40 Iodophore überraschenderweise im Gegensatz zu den bekannten mit andersartigen (Poly-)Sacchariden meist in allen Punkten den Anforderungen der Zulassungsbestimmungen und der Praxis, wie die folgende Tabelle zeigt:

Vergleich zwischen erfindungsgemäßem PVP-Dextrin-Iod und anderen
PVP-Polysaccharid-Iod-Addukten

		verfügb. Iodgeh. nach DAC %	Iod- verlust %	freies Iod ppm	Iodid nach DAC %
5	Pharmakol. zulässiger bzw. angestrebter Bereich	9-12	1-5	3-6	≤ 6
10	Bsp. 1	11,7	2,6	3,0	5,3
15	Bsp. 2	12,0	1,5	2,6	4,7
20	Bsp. 3	10,7	3,0	3,0	5,9
25	Bsp. 4	11,3	2,5	3,0	5,6
30	Bsp. 5	10,8	4,0	2,5	6,0
	Bsp. 6	11,9	3,3	3,2	4,9
	Bsp. 7	11,5	1,6	1,5	5,9
	Bsp. 8	11,8	1,6	5,0	5,0
	Bsp. 9	10,1	1,7	5,9	4,7
	Vgl.-Vers. 1 PVP-Stärke (Zulkowsky*)-Iod	10,6	7,4	10	17,5
	Vgl.-Vers. 2 α -D-Glukose-PVP- Iod	13,1	28,3	50	-
	Vgl.-Vers. 3 Saccharose-PVP-Iod	13,2	15,7	30	-
	Vgl.-Vers. 4 α -Cyclodextrin- PVP-Iod	10,8	41,0	-	-
	Vgl.-Vers. 5 β -Cyclodextrin- PVP-Iod	12,3	Fällung	-	-
	Vgl.-Vers. 6 γ -Cyclodextrin- PVP-Iod	13,4	Fällung	-	-

*) K. Zulkowsky, Ber. d. Deutschen Chem. Ges. Bd. 18 (1980),
1395.

35 Nachdem die bisher bekannten Streckungsmittel für PVP-Iod, näm-
lich Zucker, Zuckeralkohole und gelbildende Polysaccharide sowie
die aufwendige Polydextrose, keine befriedigende Lösung erbracht
hatten, indem sie den Pharma-Zulassungsbestimmungen nicht genü-
gen, war nicht zu erwarten, daß die technisch einfachere Lösung
40 gemäß der Erfindung bessere Ergebnisse liefern könnte. Die
Erfindung erschließt somit in überraschend einfacher Weise neue,
gegenüber PVP-Iod preiswertere, technisch mindestens gleich-
wertige Iodophore.

Beispiele

1. Eine Mischung aus gleichen Gewichtsteilen Dextrin mit einem DE-Wert von 17,5 bis 19 und Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 30) wurde mit 1,5 % Ammoniumformiat und 17 % Iod, bezogen auf den Polymeranteil, in einem Mischer zunächst 1 h bei Raumtemperatur, dann 20 h bei 70°C gemischt. Der Feststoffgehalt des Pulvers betrug 95,8 %, der verfügbare Iodgehalt 11,7 %, der Iodverlust 2,6 %, der freie Iodgehalt 3,0 ppm, der Iodidgehalt 5,3 %.
2. Eine Mischung aus gleichen Anteilen Dextrin mit einem DE-Wert von 17,5 bis 19 und Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 30) wurde mit 1,5 % Ammoniumformiat und 17 % Iod, bezogen auf den Polymeranteil, in einem Mischer zunächst 1 h bei Raumtemperatur, dann 8 h bei 80°C gemischt. Der Feststoffgehalt des Pulvers betrug 97,0 %, der verfügbare Iodgehalt 12,0 %, der Iodverlust 1,5 %, der freie Iodgehalt 2,6 ppm, der Iodidgehalt 4,7 %.
3. Eine Mischung aus gleichen Anteilen Dextrin mit einem DE-Wert von 13 und Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 30) wurde mit 1,5 % Ammoniumformiat und 17 % Iod, bezogen auf den Polymeranteil, in einem Mischer zunächst 1 h bei Raumtemperatur, dann 20 h bei 70°C gemischt. Der Feststoffgehalt des Pulvers betrug 96,8 %, der verfügbare Iodgehalt 10,7 %, der Iodverlust 3,0 %, der freie Iodgehalt 3 ppm, der Iodidgehalt 5,9 %.
4. Eine Mischung aus gleichen Anteilen Dextrin mit einem DE-Wert von 10 und Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 30) wurde mit 1,5 % Ammoniumformiat und 17 % Iod, bezogen auf den Polymeranteil, in einem Mischer zunächst 1 h bei Raumtemperatur, dann 8 h bei 80°C gemischt. Der Feststoffgehalt des Pulvers betrug 96,5 %, der verfügbare Iodgehalt 11,3 %, der Iodverlust 2,5 %, der freie Iodgehalt 3 ppm, der Iodidgehalt 5,6 %.
5. Eine Lösung aus gleichen Anteilen Dextrin mit einem DE-Wert von 10 und Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 30) wurde mit 1,5 % Ameisensäure versetzt und sprühgetrocknet. Anschließend wurde mit 15 % Iod versetzt und das Pulver 1 h bei Raumtemperatur und 20 h bei 70°C gemischt. Das Produkt besaß einen Feststoffgehalt von 96,5 %, der verfügbare Iodgehalt betrug 10,8 %, der Iodverlust 4 %, der freie Iodgehalt 2,5 ppm, der Iodidgehalt 6,0 %.

6. Eine Mischung aus Dextrin mit einem DE-Wert von 17,5 bis 19 und Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 30) im Gewichtsverhältnis 1,25 : 1 wurde mit 1,5 % Ammoniumformiat und 17 % Iod, bezogen auf den Polymeranteil in einem Mischer zunächst 1 h bei Raumtemperatur, dann 9 h bei 80°C gemischt. Der Feststoffgehalt des Pulvers betrug 95,0 %, der verfügbare Iodgehalt 11,9 %, der Iodverlust 3,3 %, der freie Iodgehalt 3,2 ppm, der Iodidgehalt 4,9 %.
- 10 7. Eine Mischung aus Dextrin mit einem DE-Wert von 17,5 bis 19 und Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 60) im Verhältnis 1,5 : 1 wurde mit 1,5 % Ammoniumformiat und 17 % Iod, bezogen auf den Polymeranteil, in einem Mischer zunächst 2 h bei Raumtemperatur, dann 8 h bei 80°C gemischt. Der Feststoffgehalt des Pulvers betrug 95,6 %, der verfügbare Iodgehalt 11,5 %, der Iodverlust 1,6 %, der freie Iodgehalt 1,5 ppm, der Iodidgehalt 5,9 %.
- 15 8. Eine Mischung aus Dextrin mit einem DE-Wert von 17,5 bis 19 und Polyvinylpyrrolidon (K-Wert 30) im Verhältnis 2 : 1 wurde mit 1,5 % Ammoniumformiat und 17 % Iod, bezogen auf den Polymeranteil, in einem Mischer zunächst 2 h bei Raumtemperatur, dann 8 h bei 80°C gemischt. Der Feststoffgehalt des Pulvers betrug 94,9 %, der verfügbare Iodgehalt 11,8 %, der Iodverlust 1,6 %, der freie Iodgehalt 5 ppm, der Iodidgehalt 5 %.
- 20 9. Eine Mischung aus Dextrin mit einem DE-Wert von 17,5 bis 19 und Polyvinylcaprolactam (K-Wert 32) im Verhältnis 1 : 1 wurde mit 1 % Ammoniumformiat und 15 % Iod, bezogen auf den Polymeranteil, in einem Mischer zunächst 1 h bei Raumtemperatur, dann 8 h bei 90°C gemischt. Der Feststoffgehalt des Pulvers betrug 96 %, der verfügbare Iodgehalt 10,1 %, der Iodverlust 1,7 %, der freie Iodgehalt 5,9 ppm, der Iodidgehalt 4,7 %.

Patentansprüche

1. Iodophor, enthaltend

5

- a) 20 bis 71 Gew.-% PVP oder Poly-N-vinylcaprolactam,
- b) 20 bis 71 Gew.-% Dextrin vom DE-Wert 2 bis 40,
- c) 6 bis 25 Gew.-% elementares Iod,
- d) 3 bis 12,5 Gew.-% Iodidionen.

10

2. Flüssiges Iodophor, bestehend aus einer 0,1 bis 40 %igen wässrigen Lösung eines Iodophors nach Anspruch 1.

15

3. Iodophor nach Anspruch 1 oder 2, gekennzeichnet durch einen DE-Wert des Dextrins von 10 bis 30.

20

4. Verfahren zur Herstellung von Iodophoren nach Anspruch 1 durch Mischen der pulverförmigen Komponenten (a) bis (d) oder statt der Iodidionen (d) einer äquivalenten Menge Reduktionsmittel und 3- bis 30stündigem Tempern der Mischung bei 50 bis 110°C.

25

5. Verfahren zur Herstellung von Iodophoren nach Anspruch 2 durch 3- bis 30stündigem Erwärmen der gemeinsamen Lösung der Komponenten (a) bis (d) oder statt der Iodidionen (d) einer äquivalenten Menge Reduktionsmittel auf Temperaturen von 50 bis 100°C.

30

6. Verfahren zur Herstellung von Iodophoren nach Anspruch 1 durch Lösen der Komponenten (a) und (b) in möglichst wenig Wasser, Sprühtrocknen der Lösung, Mischen des erhaltenen Pulvers mit den pulverförmigen Komponenten (c) und (d) oder statt der Iodidionen (d) einer äquivalenten Menge Reduktionsmittel und 3- bis 30stündigem Tempern der Mischung bei 50 bis 90°C.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP 95/01299A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 6 A01N59/12

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 6 A01N

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP,A,0 526 800 (BASF) 10 February 1993 cited in the application see claim 8 see page 23, line 53 - page 24, line 14 -----	1-6
A	US,A,4 719 106 (B.V. SHETTY ET AL.) 12 January 1988 cited in the application see claims -----	1-6

 Further documents are listed in the continuation of box C. Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

Date of mailing of the international search report

24 July 1995

31.07.95

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Decorte, D

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Internat'l Application No

PCT/EP 95/01299

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
EP-A-0526800	10-02-93	DE-A-	4125752	04-02-93
		JP-A-	5194673	03-08-93
US-A-4719106	12-01-88	NONE		

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Intern: des Aktenzeichen:

PCT/EP 95/01299

A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 6 A01N59/12

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 6 A01N

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	EP,A,0 526 800 (BASF) 10. Februar 1993 in der Anmeldung erwähnt siehe Anspruch 8 siehe Seite 23, Zeile 53 - Seite 24, Zeile 14 ---	1-6
A	US,A,4 719 106 (B.V. SHETTY ET AL.) 12. Januar 1988 in der Anmeldung erwähnt siehe Ansprüche -----	1-6

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

- * Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :
- *'A' Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- *'E' älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- *'L' Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- *'O' Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- *'P' Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

- *'T' Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
- *'X' Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erforderlicher Tätigkeit beruhend betrachtet werden
- *'Y' Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erforderlicher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
- *'&' Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen Recherchenberichts
24. Juli 1995	31. 07. 95
Name und Postanschrift der Internationale Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+ 31-70) 340-3016	Bevollmächtigter Bediensteter Decorte, D

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internat. Aktenzeichen

PCT/EP 95/01299

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP-A-0526800	10-02-93	DE-A- 4125752 JP-A- 5194673	04-02-93 03-08-93
US-A-4719106	12-01-88	KEINE	